

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：CLA1003(等級A)

乙酸第三丁酯

t-butyl acetate

編輯日期：2005.11.29

容許濃度

參考資料：NIOSH 1450 3/15/2003 [1]

勞委會：200 ppm [2]

OSHA：200 ppm

分子式：CH₃COO C(CH₃)₃

NIOSH：200 ppm

ACGIH：200 ppm

分子量：116.16

(1 ppm = 4.75 mg/m³, @ NTP)

基本物性：

別名：acetic acid, 1,1-dimethylethyl ester

液態，密度 0.867 g/mL @ 20°C

沸點：98 °C

CAS No.：540-88-5

RTECS No.：AF7400000

採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)	方 法：GC/FID
流 率：10 ~ 200 mL/min	分析物：乙酸第三丁酯
採樣體積：最小：1 L @ 100 ppm[1]	脫 附：1 mL 二硫化碳，振盪30分鐘以上
最大：10 L	注射量：1 μL
樣本運送：例行性	儀器分析條件：
樣本穩定性：28天，室溫25°C	溫度—注入口：230°C
現場空白樣本：每批樣本數的10%，至少需二	—偵檢器：250°C
個以上	—管柱：50°C
準 確 度 [1]	載流氣體：氮氣，14.5 mL/min
範圍：433~1733 mg/m ³ (5 L 空氣樣本)	管柱：MTX-1
偏差：8.39%	30 m × 0.53 mm ID, 1 μm 毛細管柱
總變異係數 (CV _T)：0.019	標準樣本：分析物溶於二硫化碳中
準確度：±12.09%	檢量線範圍：0.0827~20.69 mg/mL
	可量化最低量：0.0827 mg/sample
	分析變異係數(CV _a)：1.77%

適用範圍：高濕度會嚴重降低樣本吸附量及破出體積。

干擾：未確認。

安全衛生注意事項[1]：二硫化碳為有毒的易燃液體(閃火點=-30°C)，使用時需在通風良好的排煙櫃中進行，並穿戴適當的防護衣及手套。

註：本方法有標出參考文獻處，指內容係直接引用該文獻。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：二硫化碳(分析級)。
- 1.2 分析物：乙酸第三丁酯(分析級)。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 採集設備：活性碳管 (100 mg/50 mg)，見「行政院勞工委員會有害物採樣分析建議方法通則篇」之採樣介質[3]。
- 2.2 個人採樣泵：流率 10 ~ 200 mL/min。
- 2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵檢器(FID)、積分器以及管柱。
- 2.4 1.8 mL玻璃小瓶，備聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 10 μ L到50 μ L之微量注射針筒，刻度至0.1 μ L；1 mL的注射針筒，刻度至0.01 mL。
- 2.6 振盪器。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會有害物採樣分析建議方法通則篇」之採樣[3]。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為 10~200 mL/min，應採集的空氣體積約1~10 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

4. 脫附效率測定及樣本脫附

4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「行政院勞工委員會有害物採樣分析建議方法通則篇」之脫附效率[3]。
- 4.1.2 將活性碳管兩端切開，使開口與管徑同大，倒出後段的活性碳，丟棄之。

4.1.3 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 2.168~8.670 mg。

4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封，室溫靜置過夜。

4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

4.2 樣本脫附

4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之活性碳倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之活性碳倒入另一個 1.8 mL 的玻璃小瓶中。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 1 mL，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 以振盪器振盪30分後，進行分析。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見「行政院勞工委會有害物採樣分析建議方法通則篇」之檢量線製作與品管[3]。

5.1.2 以微量注射針筒將標準品直接注入含有 1 mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.0827~20.69 mg/mL。(註：至少應配製5種不同濃度的標準溶液，以建立檢量線。)

5.1.3 將樣本標準溶液與試藥空白樣本同批一起分析。

5.1.4 以波峰面積(或高度)對分析物的濃度，繪製檢量線。

5.2 品質管制

5.2.1 見「行政院勞工委員會有害物採樣分析建議方法通則篇」之檢量線製作與品管[3]。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

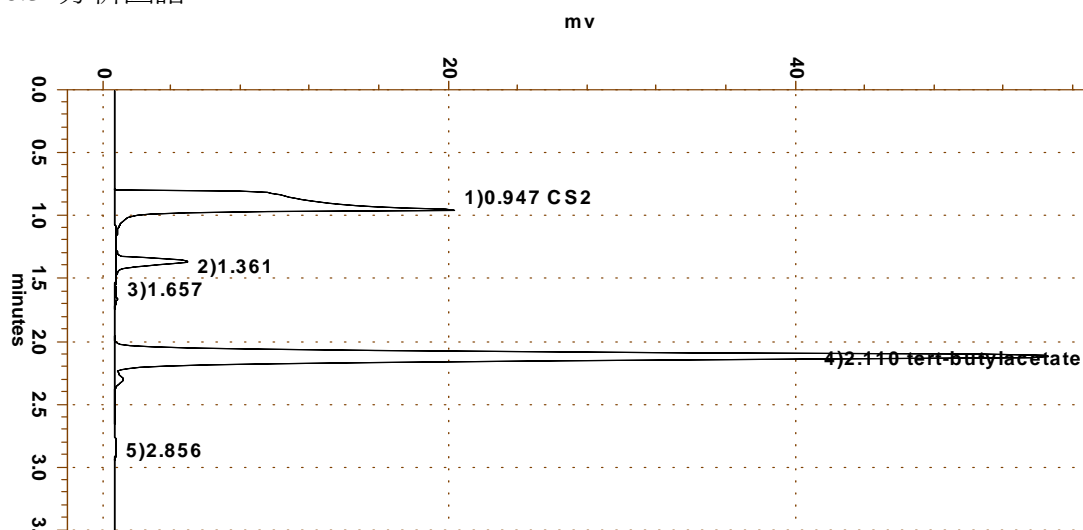
	條 件
儀器	GC/FID
管柱	MTX-1 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL/min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	14.5
溫度(°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管柱	50

註：以SHIMADZU GC-14B為例，亦可使用其它廠牌同級之儀器，但分析條件需另訂之。

6.2 大約滯留時間

化合物	滯留時間 (分鐘)
二硫化碳	0.95
乙酸第三丁酯	2.11

6.3 分析圖譜



6.4 脫附效率*

化合物	容許濃度 (ppm) **	相當採樣體積 (L)	脫附量 (mg/sample)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
乙酸第三丁酯	200	2.28-9.11	2.168~8.670	108.4	1.77

* 採樣介質為SKC226-01 活性碳管(100 mg/50 mg)

**民國92年12月勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準

6.5 注射樣本進入氣相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique)——利用10 μL 之注射針筒先以溶劑沖刷數次，濕潤針管與活塞，取約3 μL 溶劑後，吸入約0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入1 μL 樣本後，在空氣中後退約1.2 μL ，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔0.9 ~ 1.1 μL 。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以二硫化碳稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.6 以電子積分器或其他適當方法計算面積，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

由檢量線濃度所求得之濃度乘以脫附溶液的體積（以 mL 為單位），得到每個樣本分析物的質量(W)。

$$C = \frac{(W_f - B_f + W_b - B_b) \times 10^3}{V}$$

C：空氣中有害物濃度 (mg/m^3)

V：採集氣體體積 (L)

W_f ：前段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

W_b ：後段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

B_f ：現場空白樣本前段的算術平均質量 (mg)

B_b ：現場空白樣本後段的算術平均質量 (mg)

註：如(W_b) > ($W_f/10$)即表破出，樣本可能有損失。

8. 方法驗證

	測試1	測試2
儀器	GC/FID (SHIMADZU GC-14B)	GC/FID(HP6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	50	50
流率(mL/min)		
空氣	410	410
氫氣	38	38
氮氣	14.5	2.5
分流比	不分流	不分流
管柱	MTX-1 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm	DB-1 30 m × 0.32 mm ID, 0.25 μm
檢量線範圍	0.4769~15.26 mg/mL	0.0827~20.69 mg/mL
線性相關係數	0.9994	0.9999
平均脫附效率	108.4%	93.4 %
CV _a	1.77 %	3.48 %
滯留時間	2.11 min	2.61 min

9. 高濕環境下破出測試與樣本貯放穩定性測試

本方法評估是以注射泵驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於30°C，80% RH高濕環境下進行6個樣本之破出測試；乙酸第三丁酯測試濃度為396.3 ppm，採樣流率為200 mL/min，經75分鐘後，有破出現象產生，故建議最大採樣體積為10L。

10. 樣本貯放穩定性測試

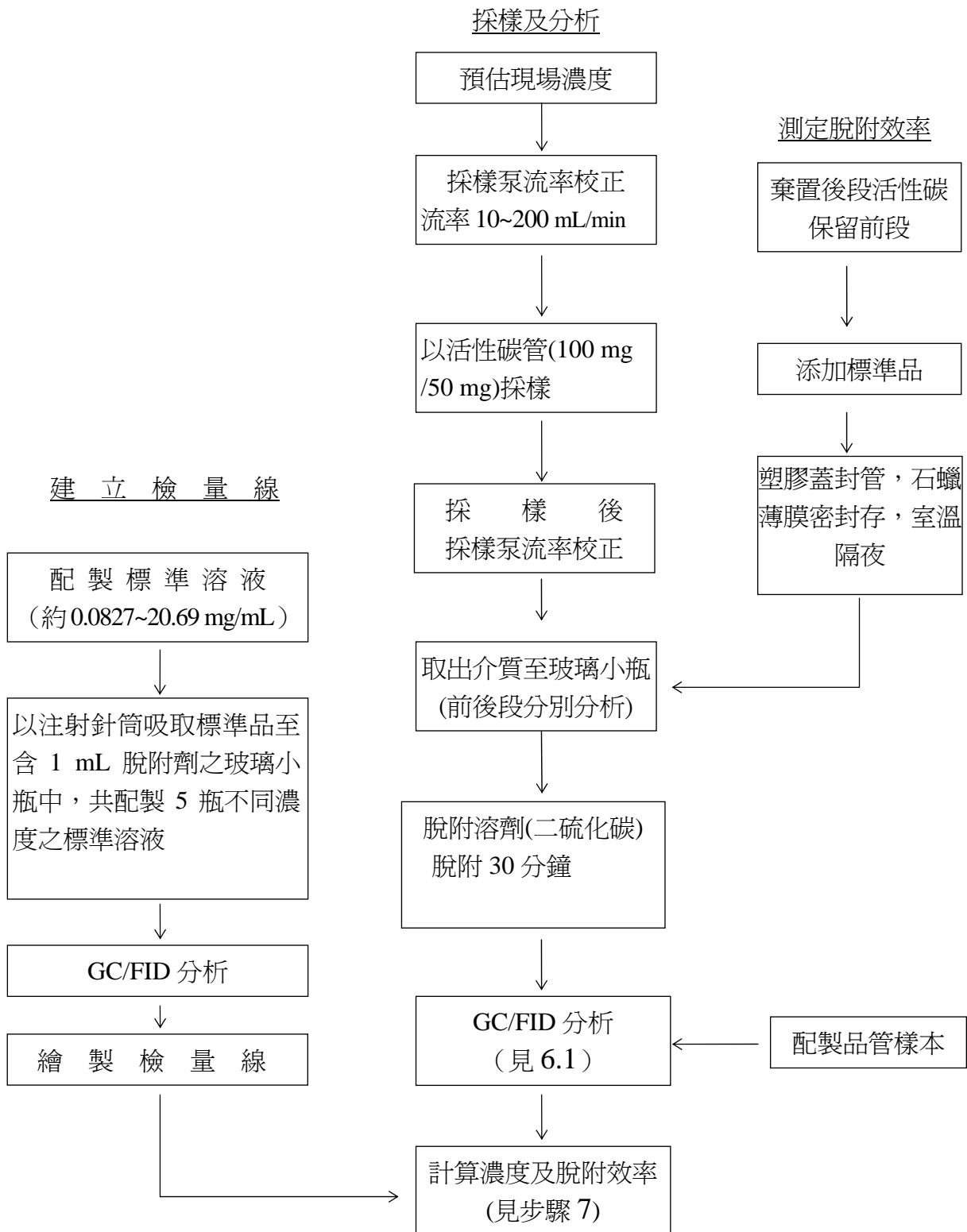
添加4.335mg乙酸第三丁酯於採樣管，進行樣本貯放穩定性測試。於室溫貯存7天樣本之回收率為95.2%，14天回收率為96.1%，21天回收率為90.6%，28天回收率為92.5%；於冷藏下貯存7天樣本之回收率為

97.9% ， 14天回收率為99.7% ， 21天回收率為93.3% ， 28天回收率為93.5% ， 見表二。

11. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 3th ed. Method 1450, U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH), 2003.
- [2] 勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國92年12月。
- [3] 勞工作業環境空氣中有害物標準採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國84年12月。
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.3, S165, U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C, 1977.
- [5] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S165, U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185, 1977.

附註一 採樣分析流程圖



附註二 所參考分析方法之主要數據

1. 本分析方法是參照NIOSH第三版分析方法1450而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 二硫化碳，放置30分鐘。

注射量：5 μ L

溫度 — 注入口：200-225°C

— 偵檢器：250-300°C

— 管 柱：50°C(8 min) $\xrightarrow{5^\circ\text{C}/\text{min}}$ 110°C(3 min)

載流氣體：氮氣，4 mL/min

管 柱：毛細管柱，30 m \times 0.32 mm ID, 0.5 μ m，DB-WAX或同性質管柱。

標準樣本：乙酸第三丁酯溶於二硫化碳。

測試範圍：0.014~0.43 mg/sample

平均精密度(\bar{S}_r)：0.0052

預估偵測極限：0.0009 mg/sample

表一 乙酸第三丁酯脫附效率

	介質空白 (mg/sample)	添加量：2.168 mg		添加量：4.335 mg		添加量：8.670 mg	
		分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)
1	0	2.395	110.5	4.666	107.6	9.406	108.5
2	0	2.257	104.1	4.770	110.0	9.385	108.3
3	0	2.352	108.5	4.828	111.4	9.386	108.3
4	0	2.337	107.8	4.721	108.0	9.133	105.3
5	0	2.394	110.5	4.782	110.3	9.133	105.3
6	0	2.425	111.9	4.708	108.6	9.133	105.3
平均脫附效率(%)			108.9		109.5		106.8
變異係數(%)			2.53		1.23		1.54

三個濃度的平均脫附效率：108.4%

分析變異係數：1.77%

表二 儲存穩定性

儲存天數	樣本數	相對回收率*			
		冷藏		室溫	
		前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)	平均分析量(mg)	相對百分比(%)
0	3	4.335	100	4.335	100
7	3	4.242	97.9	4.125	95.2
14	3	4.324	99.7	4.164	96.1
21	3	4.044	93.3	3.941	90.6
28	3	4.051	93.5	4.008	92.5

* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比

* 乙酸第三丁酯添加量 4.335mg